Practitioner's Docket No.: 070120-0305185 Client Reference No.: FEL0312-US-A **PATENT** 

### IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re application of: TADAHIRO

Confirmation No:

ISHIZAKA, et al.

Group No.:

Application No.:

\_ .

Filed: August 28, 2003

Examiner:

For: SUBSTRATE TREATMENT DEVICE, SUBSTRATE TREATMENT METHOD,

AND CLEANING METHOD FOR SUBSTRATE TREATMENT DEVICE

Commissioner for Patents P.O. Box 1450 Alexandria, VA 22313-1450

#### SUBMISSION OF PRIORITY DOCUMENT

Attached please find the certified copy of the foreign application from which priority is claimed for this case:

Country

**Application Number** 

Filing Date

**JAPAN** 

2002-252273

08/30/2002

Date:

August 28, 2003

PILLSBURY WINTHROP LLP

P.O. Box 10500 McLean, VA 22102

Telephone: (703) 905-2000 Facsimile: (703) 905-2500 Customer Number: 00909 Dale S. Lazar

Registration No. 28872

# 日本国特許庁 JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日 Date of Application:

2002年 8月30日

出 願 番 号 Application Number:

特願2002-252273

[ST. 10/C]:

[ J P 2 0 0 2 - 2 5 2 2 7 3 ]

出 願 人

Applicant(s):

東京エレクトロン株式会社

特許庁長官 Commissioner, Japan Patent Office 2003年 8月11日



【書類名】

特許願

【整理番号】

JPP010198

【提出日】

平成14年 8月30日

【あて先】

特許庁長官 太田 信一郎 殿

【国際特許分類】

H01L 21/00

【発明の名称】

基板処理装置、基板処理方法、及び基板処理装置のクリ

ーニング方法

【請求項の数】

21

【発明者】

【住所又は居所】

東京都港区赤坂五丁目3番6号 TBS放送センター

東京エレクトロン株式会社内

【氏名】

石坂 忠大

【発明者】

【住所又は居所】

東京都港区赤坂五丁目3番6号 TBS放送センター

東京エレクトロン株式会社内

【氏名】

川村 剛平

【発明者】

【住所又は居所】

東京都港区赤坂五丁目3番6号 TBS放送センター

東京エレクトロン株式会社内

【氏名】

横井 裕明

【発明者】

【住所又は居所】

東京都港区赤坂五丁目3番6号 TBS放送センター

東京エレクトロン株式会社内

【氏名】

清水 隆也

【発明者】

【住所又は居所】

東京都港区赤坂五丁目3番6号 TBS放送センター

東京エレクトロン株式会社内

【氏名】

重岡 隆

2/E

# 【発明者】

【住所又は居所】 東京都港区赤坂五丁目3番6号 TBS放送センター

東京エレクトロン株式会社内

【氏名】 大島 康弘

【発明者】

【住所又は居所】 東京都港区赤坂五丁目3番6号 TBS放送センター

東京エレクトロン株式会社内

【氏名】 小島 康彦

【特許出願人】

【識別番号】 000219967

【氏名又は名称】 東京エレクトロン株式会社

【代理人】

【識別番号】 100077849

【弁理士】

【氏名又は名称】 須山 佐一

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 014395

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9104549

【プルーフの要否】 要

# 【書類名】 明細書

【発明の名称】 基板処理装置、基板処理方法、及び基板処理装置のクリーニング方法

# 【特許請求の範囲】

【請求項1】 基板を収容する処理室と、

前記処理室内に少なくとも2種の処理ガスを供給する供給系と、

前記処理室から前記処理ガスを排出する、ポンプを備えた排出系と、

前記処理室と前記ポンプとの間に介在し、かつ微粒子が収容された、前記微粒子により前記処理室から排出された少なくとも1種の前記処理ガスを捕捉する捕捉器と、

を具備することを特徴とする基板処理装置。

【請求項2】 請求項1記載の基板処理装置であって、前記捕捉器に収容された微粒子は、ゼオライトであることを特徴とする基板処理装置。

【請求項3】 請求項1又は2記載の基板処理装置であって、前記捕捉器は、常温かつ常圧で、液体又は固体になる前記処理ガスを捕捉することを特徴とする基板処理装置。

【請求項4】 請求項1又は2記載の基板処理装置であって、前記捕捉器により捕捉される前記処理ガスは、TiF4、TiCl4、TiBr4、TiI4、Ti[N(C2H5CH3)2]4、Ti[N(CH3)2]4、Ti[N(CH3)2]4、Ti[N(CH3)2]4、Ti[N(CH3)2]4、Ti[N(CH3)3](N(C2H5)2)3、TaCl5、TaBr5、TaI5、Ta(NC(CH3)3)(N(C2H5)2)3、Ta(OC2H5)5、Al(CH3)3、Zr(O-t(C4H9))4、ZrCl4、SiH4、Si2H6、SiH2Cl2、及びSiCl4の少なくともいずれかであることを特徴とする基板処理装置。

【請求項5】 基板を収容する処理室と、

前記処理室内に少なくとも2種の処理ガスを供給する供給系と、

前記処理室から前記処理ガスを排出する、ポンプを備えた排出系と、

前記処理室と前記ポンプとの間に介在した、化学的な作用により前記処理室から排出された少なくとも1種の前記処理ガスを捕捉する捕捉器と、

2/

を具備することを特徴とする基板処理装置。

【請求項6】 請求項5記載の基板処理装置であって、前記捕捉器は、前記処理ガスを捕捉する金属酸化物を備えていることを特徴とする基板処理装置。

【請求項7】 請求項6記載の基板処理装置であって、前記金属酸化物は、Al2O3であることを特徴とする基板処理装置。

【請求項8】 基板を収容する処理室と、

前記処理室内に少なくとも2種の処理ガスを供給する供給系と、

前記処理室から前記処理ガスを排出する、少なくとも1つのポンプを備えた排出系と、

最後段の前記ポンプより下流の前記排出系内に不活性ガスを供給する不活性ガス供給系と、

を具備することを特徴とする基板処理装置。

【請求項9】 請求項8記載の基板処理装置であって、前記不活性ガスは、 Ar、He、及びN2の少なくともいずれかを含んでいることを特徴とする基板 処理装置。

【請求項10】 基板を収容する処理室と、

前記処理室内に少なくとも2種の処理ガスを供給する供給系と、

前記処理室から前記処理ガスを排出する、少なくとも1つのポンプを備えた排出系と、

最後段の前記ポンプより下流の前記排出系を加熱する加熱器と、

を具備することを特徴とする基板処理装置。

【請求項11】 請求項8乃至10のいずれか1項に記載の基板処理装置であって、前記処理ガスは、TiF4、TiCl4、TiBr4、TiI4、Ti[N(C2H5CH3)2]4、Ti[N(CH3)2]4、Ti[N(C2H5)2]4、Ti[N(C2H3)3]4、TaF5、TaCl5、TaBr5、TaI5、Ta(NC(CH3)3)(N(C2H5)2)3、Ta(OC2H5)5、Al(CH3)3、Zr(O-t(C4H9))4、ZrCl4、SiH4、Si2H6、SiH2Cl2、及びSiCl4の少なくともいずれかを含んでいることを特徴とする基板処理装置。

【請求項12】 請求項1乃至11のいずれか1項に記載の基板処理装置であって、交互に前記処理ガスが供給されるように前記供給系を制御する供給制御器をさらに備えていることを特徴とする基板処理装置。

【請求項13】 基板が処理室に収容されている状態で、前記処理室内に第 1の流量で金属含有ガスを供給する金属含有ガス供給工程と、

排出系を介して前記処理室から前記金属含有ガスを排出する金属含有ガス排出 工程と、

前記処理室内に前記第1の流量に対して10倍以上の第2の流量で窒化剤ガス を供給する窒化剤ガス供給工程と、

前記排出系を介して前記処理室内から前記室化剤ガスを排出する窒化剤排出工程と、

を具備することを特徴とする基板処理方法。

【請求項14】 請求項13記載の基板処理方法であって、前記窒化剤ガスは、300~1000sccmの流量で供給されることを特徴とする基板処理方法。

【請求項15】 請求項13又は14記載の基板処理方法であって、前記金属含有ガスは、TiF4、TiCl4、TiBr4、TiI4、Ti[N(C2H5CH3)2]4、Ti[N(C2H5)2]4、Ti[N(C2H5)2]4、TaF5、TaCl5、TaBr5、TaI5、及びTa(NC(CH3)3)(N(C2H5)2)3の少なくともいずれかを含んでいることを特徴とする基板処理方法。

【請求項16】 請求項13乃至15のいずれか1項に記載の基板処理方法であって、前記窒化剤ガスは、NH3を含んでいることを特徴とする基板処理方法。

【請求項17】 金属含有ガスと窒化剤ガスとを供給して基板に処理を施す 基板処理装置の排出系内に、前記基板が前記基板処理装置内に収容されていない 状態で窒化剤ガスを供給する窒化剤ガス供給工程を備えることを特徴とする基板 処理装置のクリーニング方法。

【請求項18】 請求項17記載の基板処理装置のクリーニング方法であっ

て、前記室化剤ガス供給工程で供給される前記室化剤ガスは、前記処理の際に供給される前記室化剤ガスの流量より大きい流量で供給されることを特徴とする基板処理装置のクリーニング方法。

【請求項19】 請求項17又は18記載の基板処理装置のクリーニング方法であって、前記窒化剤ガス供給工程で供給される前記窒化剤ガスは、300~1000sccmの流量で供給されることを特徴とする基板処理装置のクリーニング方法。

【請求項20】 請求項17乃至19のいずれか1項に記載の基板処理装置のクリーニング方法であって、前記金属含有ガスは、TiF4、TiCl4、TiBr4、TiI4、Ti[N(C2H5CH3)2]4、Ti[N(CH3)2]4、Ti[N(CH3)2]4、Ti[N(C2H5)2]4、TaF5、TaCl5、TaBr5、TaI5、及びTa(NC(CH3)3)(N(C2H5)2)3の少なくともいずれかを含んでいることを特徴とする基板処理装置のクリーニング方法。

【請求項21】 請求項17乃至20のいずれか1項に記載の基板処理装置のクリーニング方法であって、前記窒化剤ガスは、NH3を含んでいることを特徴とする基板処理装置のクリーニング方法。

# 【発明の詳細な説明】

[0001]

#### 【発明の属する技術分野】

本発明は、基板に処理を施す基板処理装置、基板処理方法、及び基板処理装置 のクリーニング方法に関する。

[0002]

#### 【従来の技術】

近年、半導体デバイスの製造においては、さらなる高速化及び高集積化が要請されている。それに伴い、ホールの径が一段と小さくなってきており、アスペクト比が高くなってきている。

#### [0003]

ところが、アスペクト比が高くなると、ホールに形成されるTiN膜及びTi SiN膜等のような薄膜のステップカバレージが低下し易くなる。このようなこ とから、現在、ステップカバレージに優れた薄膜を形成するために処理ガスを交 瓦に供給しながら成膜を行う成膜装置が注目されている。

#### [0004]

# 【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、このような成膜装置でTiCl4とNH3とを使用して、TiN膜を形成すると、トラップを設置した場合であっても、トラップより下流の排出配管内壁、具体的には内部の圧力が大気圧に維持されている排出配管内壁に黄色い粉末が多量に付着する。なお、このトラップは反応副生成物であるNH4Clを捕捉するものである。また、TiCl4とNH3とSiH2Cl2を使用して、TiSiN膜を形成すると、排出配管内壁に黄色い粉末の他に白い粉末が付着する。これらの粉末は、成膜を繰り返す毎に堆積していくので、排出配管が詰まる原因となる。このため、排出配管を開けて、排出配管内壁に付着した粉末を取り除くメンテナンスを頻繁に行わなければならないという問題がある。なお、この問題は、同時に処理ガスを供給しながら成膜を行う成膜装置でも起こり得る

# [0005]

本発明は上記問題を解決するためになされたものである。即ち、排出系の詰まりを低減させることができる基板処理装置及び基板処理方法、基板処理装置のクリーニング方法を提供することを目的とする。

## [0006]

# 【課題を解決しようとする手段】

本発明の基板処理装置は、基板を収容する処理室と、処理室内に少なくとも2種の処理ガスを供給する供給系と、処理室から処理ガスを排出する、ポンプを備えた排出系と、処理室とポンプとの間に介在し、かつ微粒子が収容された、微粒子により処理室から排出された少なくとも1種の処理ガスを捕捉する捕捉器と、を具備することを特徴としている。本発明の基板処理装置によれば、捕捉器で多量の処理ガスを捕捉することができる。その結果、排出系の詰まりを低減させることができる。

#### [0007]

上記捕捉器に収容された微粒子は、ゼオライトであることが好ましい。ゼオライトは、合成ゼオライト或いは天然ゼオライトのいずれであってもよい。ゼオライトを使用することにより、ゼオライトに捕捉された処理ガスと他の処理ガスとの反応を抑制することができる。

# [0008]

上記捕捉器は、常温かつ常圧で、液体又は固体になる処理ガスを捕捉することが好ましい。このような処理ガスを捕捉することにより、排気系内で発生する液体又は固体を抑制することができる。

### [0009]

上記捕捉器により捕捉される処理ガスは、 $TiF_4$ 、 $TiCl_4$ 、 $TiBr_4$ 、 $TiI_4$ 、 $Ti[N(C_2H_5CH_3)_2]_4$ (TEMAT)、 $Ti[N(C_1H_3)_2]_4$ (TDMAT)、 $Ti[N(C_2H_5)_2]_4$ (TDEAT)、 $TaF_5$ 、 $TaCl_5$ 、 $TaBr_5$ 、 $TaI_5$ 、 $Ta(NC(CH_3)_3)$ ( $N(C_2H_5)_2$ )3(TBTDET)、 $Ta(OC_2H_5)_5$ 、 $Al(CH_3)_3$ 、 $Zr(O-t(C_4H_9))_4$ 、 $ZrCl_4$ 、 $SiH_4$ 、 $Si_2H_6$ 、 $SiH_4$   $ZrCl_4$   $ZrCl_4$ 

## [0010]

本発明の他の基板処理装置は、基板を収容する処理室と、処理室内に少なくとも2種の処理ガスを供給する供給系と、処理室から処理ガスを排出する、ポンプを備えた排出系と、処理室とポンプとの間に介在した、化学的な作用により処理室から排出された少なくとも1種の処理ガスを捕捉する捕捉器と、を具備することを特徴としている。「化学的な作用」とは、化学反応を伴うものである。「化学的な作用」には、化学吸着が含まれる。本発明の基板処理装置によれば、捕捉器で多量の処理ガスを捕捉することができる。その結果、排出系の詰まりを低減させることができる。

# [0011]

上記捕捉器は、処理ガスを捕捉する金属酸化物を備えていることが好ましい。

金属酸化物を使用することにより、処理ガスを確実に捕捉することができる。上記金属酸化物は、 $Al_2O_3$ であることが好ましい。 $Al_2O_3$ を使用することにより、減圧下であっても多量の処理ガスを捕捉することができる。

# [0012]

本発明の他の基板処理装置は、基板を収容する処理室と、処理室内に少なくとも2種の処理ガスを供給する供給系と、処理室から処理ガスを排出する、少なくとも1つのポンプを備えた排出系と、最後段のポンプより下流の排出系内に不活性ガスを供給する不活性ガス供給系と、を具備することを特徴としている。不活性ガスは、処理ガスに対して不活性なガスである。本発明の基板処理装置によれば、処理ガスの液化を抑制することができる。その結果、排出系の詰まりを低減させることができる。

# [0013]

上記不活性ガスは、Ar、He、及びN2の少なくともいずれかを含んでいることが好ましい。これらのガスを使用することにより、確実に処理ガスの液化を抑制することができる。

# [0014]

本発明の他の基板処理装置は、基板を収容する処理室と、処理室内に少なくとも2種の処理ガスを供給する供給系と、処理室から処理ガスを排出する、少なくとも1つのポンプを備えた排出系と、最後段のポンプより下流の排出系を加熱する加熱器と、を具備することを特徴としている。本発明の基板処理装置によれば、処理ガスの液化を抑制することができる。その結果、排出系の詰まりを低減させることができる。

# [0015]

上記処理ガスは、TiF4、TiCl4、TiBr4、TiI4、Ti[N(C2H5CH3)2]4、Ti[N(CH3)2]4、Ti[N(C2H5)2]4、TaF5、TaCl5、TaBr5、TaI5、Ta(NC(CH3)3)(N(C2H5)2)3、Ta(OC2H5)5、Al(CH3)3、Zr(O-t(C4H9))4、ZrCl4、SiH4、Si2H6、SiH2Cl2、及びSiCl4の少なくともいずれかを含んでいてもよい。これらのガスは、

排出系を詰まらせる原因となり得るガスであるが、本発明の基板処理装置によれば、排出系の詰まりを低減させることができるので、これらのガスを使用することが可能である。

# [0016]

上記基板処理装置は、交互に前記処理ガスが供給されるように前記供給系を制御する供給制御器をさらに備えていることが好ましい。供給制御器を備えることにより、高品質の膜を形成することができる。

# $[0\ 0\ 1\ 7]$

本発明の基板処理方法は、基板が処理室に収容されている状態で、処理室内に 第1の流量で金属含有ガスを供給する金属含有ガス供給工程と、排出系を介して 処理室から金属含有ガスを排出する金属含有ガス排出工程と、処理室内に第1の 流量に対して10倍以上の第2の流量で窒化剤ガスを供給する窒化剤ガス供給工 程と、排出系を介して処理室内から窒化剤ガスを排出する窒化剤排出工程と、を 具備することを特徴としている。金属含有ガス排出工程は、金属含有ガス供給工 程後及び金属含有ガス供給工程中のいずれに行われてもよい。窒化剤ガス供給工 程は、金属含有ガス供給工程後及び金属含有ガス供給工程中に行われてもよい。 窒化剤排出工程は、窒化剤ガス供給工程後及び窒化剤供給工程中に行われてもよい。 っ本発明の基板処理方法によれば、排出系の詰まりを低減させることができる

## [0018]

上記室化剤ガスは、300~1000sccmの流量で供給されることが好ましい。このような流量で窒化剤ガスを供給することにより、確実に排出系の詰まりを低減させることができる。

# [0019]

上記金属含有ガスは、 $TiF_4$ 、 $TiCl_4$ 、 $TiBr_4$ 、 $TiI_4$ 、 $Ti[N(C_2H_5CH_3)_2]_4$ 、 $Ti[N(CH_3)_2]_4$ 、 $Ti[N(C_2H_5)_2]_4$ 、 $TaF_5$ 、 $TaCl_5$ 、 $TaBr_5$ 、 $TaI_5$  、 $TaI_$ 

板処理方法によれば、排出系の詰まりを低減させることができるので、これらの ガスを使用することが可能である。

# [0020]

上記室化剤ガスは、NH3を含んでいることが好ましい。NH3を含ませることにより、排出系の詰まりをより確実に低減させることができる。

# [0021]

本発明の基板処理装置のクリーニング方法は、金属含有ガスと窒化剤ガスとを供給して基板に処理を施す基板処理装置の排出系内に、前記基板が前記基板処理装置内に収容されていない状態で窒化剤ガスを供給する窒化剤ガス供給工程を備えることを特徴としている。本発明の基板処理装置のクリーニング方法によれば、排出系の詰まりを低減させることができる。

# [0022]

上記室化剤ガス供給工程で供給される窒化剤ガスは、処理の際に供給される窒化剤ガスの流量より大きい流量で供給されることが好ましい。このような流量で窒化剤ガスを供給することにより、確実に排出系の詰まりを低減させることができる。

# [0023]

上記室化剤ガス供給工程で供給される窒化剤ガスは、300~1000sccmの流量で供給されることが好ましい。このような流量で窒化剤ガスを供給することにより、排出系の詰まりをより確実に低減させることができる。

## [0024]

上記金属含有ガスは、 $TiF_4$ 、 $TiCl_4$ 、 $TiBr_4$ 、 $TiI_4$ 、 $Ti[N(C_2H_5CH_3)_2]_4$ 、 $Ti[N(CH_3)_2]_4$ 、 $Ti[N(C_2H_5)_2]_4$ 、 $Ti[N(C_2H_5)_2]_4$ 、 $TaF_5$ 、 $TaCl_5$ 、 $TaBr_5$ 、 $TaI_5$ 、 $TaI_5$ 、 $TaI_5$ 0、 $TaI_5$ 0 、 $TaI_$ 

# [0025]

上記室化剤ガスは、NH3を含んでいることが好ましい。NH3を含ませることにより、排出系の詰まりをより確実に低減させることができる。

# [0026]

# 【発明の実施の形態】

# (第1の実施形態)

以下、本発明の第1の実施の形態に係る成膜装置について説明する。図1は本 実施の形態に係る成膜装置の模式的な構成図である。

# [0027]

図1に示されるように、成膜装置1は、例えばアルミニウムやステンレス鋼により形成されたチャンバ2を備えている。なお、チャンバ2は、アルマイト処理等の表面処理が施されていてもよい。チャンバ2の側部には開口2aが形成されており、開口2a付近には、半導体ウェハ(以下、単に「ウェハ」という。)Wをチャンバ2内に搬入或いは搬出するためのゲートバルブ3が取り付けられている。

# [0028]

チャンバ2内には、ウェハWを載置する略円板状のサセプタ4が配設されている。サセプタ4は、例えばA1NやA1203等のセラミックスから形成されている。サセプタ4内には、サセプタ4を所定の温度に加熱するヒータ5が配設されている。ヒータ5でサセプタ4を所定の温度に加熱することにより、サセプタ4に載置されたウェハWが所定の温度に加熱される。

#### [0029]

サセプタ4の3箇所には、ウェハWを昇降させるための孔4aが上下方向に形成されている。孔4aの下方には、孔4aに挿入可能なウェハ昇降ピン6がそれぞれ配設されている。ウェハ昇降ピン6は、ウェハ昇降ピン6が立設するようにウェハ昇降ピン支持台7に固定されている。ウェハ昇降ピン支持台7には、エアシリンダ8が固定されている。エアシリンダ8の駆動でエアシリンダ8のロッド8aが縮退することにより、ウェハ昇降ピン6が下降して、ウェハWがサセプタ4に載置される。また、エアシリンダ8の駆動でロッド8aが伸長することにより、ウェハ昇降ピン6が上昇して、ウェハWがサセプタ4から離れる。チャンバ

2内部には、ロッド8aを覆う伸縮自在なベローズ9が配設されている。ベローズ9でロッド8aを覆うことにより、チャンバ2内の気密性が保持される。

# [0030]

チャンバ2の上部には、開口が形成されている。開口には、 $TiCl_4$ 及び $NH_3$ をサセプタ4に向けて吐出するシャワーヘッド10が挿入されている。シャワーヘッド10は、 $TiCl_4$ を吐出する $TiCl_4$ 吐出部10 a と、 $NH_3$ を吐出する $NH_3$ 吐出部10 b とに分かれた構造になっている。 $TiCl_4$ 吐出部10 a には、 $TiCl_4$ を吐出する多数の $TiCl_4$ 吐出孔が形成されている。また、同様に $NH_3$ 供給部10 b には、 $NH_3$ を吐出する多数の $NH_3$ 吐出孔が形成されている。形成されている。

# [0031]

シャワーヘッド10の $TiCl_4$ 吐出部10aには、 $TiCl_4$ 吐出部10aに $TiCl_4$ 生出部10bに $TiCl_4$ を供給する $TiCl_4$ 供給系20が接続されている。また、 $NH_3$ 吐出部10bに $NH_3$ を供給する $NH_3$ 供給系30が接続されている。

# [0032]

 $TiCl_4$ 供給系20は、 $TiCl_4$ を収容した $TiCl_4$ 供給源21を備えている。 $TiCl_4$ 供給源21には、一端が $TiCl_4$ 吐出部10aに接続された $TiCl_4$ 供給配管22が接続されている。 $TiCl_4$ 供給配管22には、バルブ23及び $TiCl_4$ の流量を調節するマスフローコントローラ(MFC)24が介在している。マスフローコントローラ24が調節された状態で、バルブ23が開かれることにより、 $TiCl_4$ 供給源21から所定の流量で $TiCl_4$ が  $TiCl_4$ 吐出部10aに供給される。

# [0033]

NH<sub>3</sub>供給系30は、NH<sub>3</sub>を収容したNH<sub>3</sub>供給源31を備えている。NH<sub>3</sub>供給源31には、一端がNH<sub>3</sub>吐出部10bに接続されたNH<sub>3</sub>供給配管32 が接続されている。NH<sub>3</sub>供給配管32には、バルブ33及びNH<sub>3</sub>の流量を調節するマスフローコントローラ34が介在している。マスフローコントローラ34が調節された状態で、バルブ33が開かれることにより、NH<sub>3</sub>供給源31か

ら所定の流量でNH3がシャワーヘッド10に供給される。

#### [0034]

バルブ23、33には、バルブ23、33が交互に開かれるようにバルブ23、33を制御するバルブ制御器35が電気的に接続されている。バルブ制御器35でこのようなバルブ23、33の制御を行うことにより、ウェハWにステップカバレージに優れたTiN膜が形成される。

## [0035]

チャンバ2の底部には、 $TiCl_4$ 及び $NH_3$ 等のガスを排出する排出系40 が接続されている。排出系40は、チャンバ2内の圧力を制御するオートプレッシャコントローラ(APC)41を備えている。オートプレッシャコントローラ41でコンダクタンスを調節することにより、チャンバ2内の圧力が所定の圧力に制御される。

#### [0036]

オートプレッシャコントローラ41には、排出配管42が接続されている。排出配管42の他端は、大気に開放されている。排出配管42には、上流側から下流にかけて、メインバルブ43、ターボ分子ポンプ44、トラップ45、捕捉器46、バルブ47、ドライポンプ48、及び捕捉器49がこの順番で介在している。

## [0037]

ターボ分子ポンプ44は、精密引きを行うものである。ターボ分子ポンプ44で精密引きを行うことにより、チャンバ2内の圧力が所定の圧力に維持される。また、チャンバ2内から余分な $TiCl_4$ 、 $NH_3$ 、TiN、 $及びNH_4Cl$ 等を排出するためのものである。

#### [0038]

トラップ45は、排ガスに含まれている $NH_4C1$ を捕捉して、排ガスから $NH_4C1$ を取り除くためのものである。トラップ45は、排ガスが流入する流入口及び排ガスが流出する流出口が形成されたハウジング45aを備えている。ハウジング45a内には、板体45bが配設されており、板体45bは図示しない冷却器により冷却される。冷却された板体45bに $NH_4C1$ の粉体が接触する

と、 $NH_4CI$ の粉体が物理吸着により板体 45b に吸着されて、排ガスから $NH_4CI$ が取り除かれる。

# [0039]

ドライポンプ48は、ターボ分子ポンプ44を補助するためのものである。また、チャンバ2内の粗引きを行うものである。ドライポンプ48でターボ分子ポンプ44の後段の圧力を小さくすることにより、ターボ分子ポンプ44の排気速度を大きくすることができる。

# [0040]

バルブ47とドライポンプ48との間の排出配管42には、ドライポンプ48で粗引きするための粗引き配管50が接続されている。粗引き配管50の他端は、オートプレッシャコントローラ41とメインバルブ43との間の排出配管42に接続されている。粗引き配管50には、バルブ51が介在している。

#### [0041]

捕捉器 4.6、4.9は、排ガスに含まれている  $TiCl_4$  を捕捉して、排ガスから  $TiCl_4$  を取り除くためのものである。以下、捕捉器 4.6 について詳細に説明する。図 2 は、本実施の形態に係る捕捉器 4.6 の模式的な垂直断面図である。

#### [0042]

#### [0043]

以下、成膜装置1で行われる処理のフローについて図3~図5に沿って説明する。図3は本実施の形態に係る成膜装置1で行われる処理のフローを示したフローチャートであり、図4 (a) ~図5 (b) は本実施の形態に係る成膜装置1で行われる処理を模式的に示した図である。

## [0044]

まず、メインバルブ43及びバルブ47が閉られ、かつバルブ51が開かれた 状態で、ドライポンプ48が作動して、チャンバ2内の粗引きが行われる。その 後、チャンバ2内がある程度減圧になったところで、バルブ51が閉じられると ともにメインバルブ43及びバルブ47が開かれ、ドライポンプ48の粗引きか らターボ分子ポンプ44の精密引きに切り換えられる(ステップ1a)。なお、 切り換えられた後もドライポンプ48は作動している。

# [0045]

チャンバ2内の圧力が例えば1.33×10<sup>-2</sup> Pa以下まで低下した後、ゲートバルブ3が開かれ、ウェハWを保持した図示しない搬送アームが伸長して、チャンバ2内にウェハWが搬入される(ステップ2a)。

# [0046]

その後、搬送アームが縮退して、ウェハWがウェハ昇降ピン6に載置される。 ウェハWがウェハ昇降ピン6に載置された後、エアシリンダ8の駆動で、ウェハ 昇降ピン6が下降し、ウェハWが約300~450℃に加熱されたサセプタ4に 載置される(ステップ3a)。

#### [0047]

ウェハWが昇温した後、チャンバ 2 内の圧力が約  $50 \sim 400$  Paに維持された状態で、バルブ 2 3 が開かれて、図 4 (a)に示されるようにTiCl 4 吐出部 10 a からウェハWに向けてTiCl 4 が約 30 s c c mの流量で吐出される(ステップ 4 a)。吐出されたTiCl 4 がウェハWに接触すると、ウェハW表面にTiCl 4 が吸着される。

#### [0048]

所定時間経過後、バルブ23が閉じられて、図4(b)に示されるようにTi  $Cl_4$ の供給が停止されるとともに、チャンバ2内に残留しているTi  $Cl_4$ が チャンバ2内から排出される(ステップ5a)。なお、排出の際、チャンバ2内の圧力は、 $6.67 \times 10^{-2}$  Pa 以下になる。

#### [0049]

所定時間経過後、バルブ33が開かれて、図5(a)に示されるようにNH $_3$  吐出部 10bからウェハWに向けてNH $_3$ が約100sccmの流量で吐出され

る(ステップ6a)。吐出された $NH_3$ がウェハWに吸着された $TiCl_4$ に接触すると、 $TiCl_4$ と $NH_3$ とが反応して、TiN膜がウェハW上に形成される。

# [0050]

所定時間経過後、バルブ33が閉じられて、図5(b)に示されるようにNH3の供給が停止されるとともに、チャンバ2内に残留しているNH3等がチャンバ2内から排出される(ステップ7a)。なお、排出の際、チャンバ2内の圧力は、 $6.67 \times 10^{-2}$  Pa以下になる。

### [0051]

所定時間経過後、ステップ4a~ステップ7aの工程を1サイクルとして、図示しない中央制御器により処理が200サイクル行われたか否かが判断される(ステップ8a)。処理が200サイクル行われていないと判断されると、ステップ4a~ステップ7aの工程が再び行われる。

# [0052]

処理が200 サイクル行われたと判断されると、エアシリンダ8 の駆動で、ウェハ昇降ピン6 が上昇し、ウェハWがサセプタ4 から離れる(ステップ9a)。なお、処理が200 サイクル行われると、ウェハW上には、約10 n mのT i N 膜が形成される。

#### [0053]

その後、ゲートバルブ3が開かれた後、図示しない搬送アームが伸長して、搬送アームにウェハWが保持される。最後に、搬送アームが縮退して、ウェハWがチャンバ2から搬出される(ステップ10a)。

#### [0054]

 圧に維持されている排出配管内壁に多量に付着するのは、TiCl4の液化或い はTiCl4の排出配管内壁への多量の吸着によるものと考えられる。具体的に は、TiCl<sub>4</sub>の液化に関しては、TiCl<sub>4</sub>が液化すると、液化したTiCl  $_4$  は移動し難くなる。そこに、NH $_3$ が流れ込んでくると、次々とTiCl $_4$ と NH3とが反応してしまう。このことにより、大気圧に維持されている排出配管 内壁に黄色い粉末が多量に付着してしまうものと考えられる。また、TiCl4 の排出配管内壁への多量の吸着に関しては、大気圧下では、減圧下に比べてTi Cl4が排出配管内壁に吸着され易いとともに吸着されたTiCl4が離脱し難 い。従って、排出配管内壁に対するTiCl4の吸着量が増える。そこに、NH  $_3$ が流れ込んでくると、次々と $_{1}$  C  $_{1}$  4 と N  $_{3}$  とが反応してしまう。このこ とにより、大気圧に維持されている排出配管42内壁に黄色い粉末が多量に付着 してしまうものと考えられる。これらのことから、減圧下でTiCl4を捕捉す れば、黄色い粉末の発生が抑制され、大気圧に維持されている排出配管内壁への 黄色い粉末の付着が抑制される。ここで、従来の成膜装置に備えられたトラップ は、減圧下に設置されているので、このトラップでもTiCl4が捕捉されてい ると考えることができるが、トラップは表面積が小さい。このため、トラップで 捕捉されるTiCl4は非常に少なく、黄色い粉末の発生を有効に抑制すること ができないものであったと考えられる。これに対し、本実施の形態では、微粒子 によりTiCl<sub>4</sub>を捕捉するので、表面積が大きく、多量のTiCl<sub>4</sub>を捕捉す ることができる。よって、排出配管42内壁に付着する黄色い粉末を大幅に低減 させることができ、排出配管42の詰まりを低減させることができる。その結果 、メンテナンスを行う頻度を低下させることができる。

# [0055]

本実施の形態では、合成ゼオライト46dが使用されているので、合成ゼオライト46dに吸着されたTiCl4とその後に流入するNH3とが反応し難い。 その結果、確実に黄色い粉末の発生を抑制することができる。

# [0056]

 $TiCl_4$ とNH3とが交互に供給される場合であっても、確実に黄色い粉末の発生を抑制することができる。即ち、 $TiCl_4$ とNH3とが交互に供給され

る場合と、 $TiCl_4$ と $NH_3$ とが同時に供給される場合を比べると、チャンバ 2から排出されるTiCl4の量は、交互に供給される場合の方が多い。このこ とから、交互に供給される場合の方が、同時に供給される場合に比べて、黄色い 粉末の発生量が多くなる。本実施の形態では、TiCl4を確実に捕捉できるの で、TiCl<sub>4</sub>とNH<sub>3</sub>とが交互に供給される場合であっても、確実に黄色い粉 末の発生を抑制することができる。

# [0057]

(第2の実施の形態)

以下、本発明の第2の実施の形態について説明する。なお、以下本実施の形態 以降の実施の形態のうち先行する実施の形態と重複する内容については説明を省 略することもある。本実施の形態では、捕捉器に合成ゼオライトの他、酸化アル ミニウム(A1203)を収容した例について説明する。

# [0058]

図6は本実施の形態に係る成膜装置の模式的な構成図である。図6に示される ように、成膜装置1は、SiH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>供給系60を備えている。SiH<sub>2</sub>Cl 2供給系60は、SiH2Cl2を収容したSiH2Cl2供給源61を備えて いる。SiH2Cl2供給源61には、一端がTiCl4供給管22に接続され たSiH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>供給配管62が接続されている。SiH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>供給配管62 には、バルブ63及びSiH2C12の流量を調節するマスフローコントローラ 64が介在している。バルブ23が閉じられ、かつマスフローコントローラ64 が調節された状態で、バルブ 6 3 が開かれることにより、S i H 2 C 1 2 供給源 61から所定の流量でSiH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>がTiCl<sub>4</sub>吐出部10aに供給される。

# [0059]

バルブ63には、バルブ23、33、63が交互に開かれるようにバルブ23 、33、63を制御するバルブ制御器35が電気的に接続されている。バルブ制 御器35でこのようなバルブ23、33、63の制御を行うことにより、ウェハ W上にステップカバレージに優れたTiSiN膜が形成される。

#### [0060]

次に、本実施の形態の捕捉器46について説明する。図7は本実施の形態に係

る捕捉器 4 6 の模式的な垂直断面図である。図 7 に示されるように、捕捉器 4 6 内には、微粒子の合成ゼオライト 4 5 d と微粒子の酸化アルミニウム 4 6 e とが層状に交互に収容されている。排ガスに含まれている S i H 2 C l 2 が酸化アルミニウム 4 6 e に接触すると、化学吸着により S i H 2 C l 2 が酸化アルミニウム 4 6 e に吸着されて、排ガスから S i H 2 C l 2 が取り除かれる。

# [0061]

以下、成膜装置1で行われる処理のフローについて図8及び図9に沿って説明する。図8は本実施の形態に係る成膜装置1で行われる処理のフローを示したフローチャートであり、図9(a)及び図9(b)は本実施の形態に係る成膜装置1で行われる処理を模式的に示した図である。

# [0062]

ドライポンプ48が作動して、チャンバ2内の粗引きが行われる。その後、ドライポンプ48の粗引きからターボ分子ポンプ44の精密引きに切り換えられる (ステップ1b)。

# [0063]

チャンバ2内の圧力が例えば1.33×10<sup>-2</sup> Pa以下まで低下した後、ウェハWを保持した図示しない搬送アームが伸長して、チャンバ2内にウェハWが搬入される(ステップ2b)。その後、ウェハ昇降ピン6が下降し、ウェハWがサセプタ4に載置される(ステップ3b)。

# [0064]

ウェハWが昇温した後、チャンバ2内の圧力が約50~400Paに維持された状態で、バルブ23が開かれて、 $TiCl_4$ 吐出部10aから $TiCl_4$ が吐出される(ステップ4b)。所定時間経過後、バルブ23が閉じられて、 $TiCl_4$ の供給が停止されるとともに、チャンバ2内に残留している $TiCl_4$ がチャンバ2内から排出される(ステップ5b)。

#### [0065]

所定時間経過後、バルブ 63 が開かれて、図 9 (a) に示されるようにTiC  $1_4$  吐出部 10 a から  $SiH_2$   $CI_2$  が約 30 s c c m の流量で吐出される(ステップ 6b)。吐出された  $SiH_2$   $CI_2$  がウェハWに吸着された  $TiCI_4$  に

接触すると、 $TiCl_4$ と $SiH_2Cl_2$ とが反応して、TiとSiが結合した 膜がウェハW上に形成される。所定時間経過後、バルブ 61 が閉じられて、図 9 (b) に示されるように $SiH_2Cl_2$ の供給が停止されるとともに、チャンバ 2内に残留している $SiH_2Cl_2$ 等がチャンバ 2内から排出される(ステップ 7 b)。

# [0066]

所定時間経過後、バルブ33が開かれて、NH $_3$ 吐出部10bからNH $_3$ が吐出される(ステップ8b)。吐出されたNH $_3$ がウェハW上のTiとSiが結合した膜に接触すると、TiとSiが結合した膜とNH $_3$ が反応して、TiSiN膜がウェハW上に形成される。所定時間経過後、バルブ33が閉じられて、NH $_3$ の供給が停止されるとともに、チャンバ2内に残留しているNH $_3$ 等がチャンバ2内から排出される(ステップ9b)。

#### [0067]

所定時間経過後、ステップ4b~ステップ9bの工程を1サイクルとして、処理が200サイクル行われたか否かが判断される(ステップ10b)。処理が200サイクル行われていないと判断されると、ステップ4b~ステップ9bの工程が再び行われる。

#### [0068]

処理が200サイクル行われたと判断されると、ウェハ昇降ピン6が上昇し、ウェハWがサセプタ4から離れる(ステップ11b)。最後に、図示しない搬送アームによりウェハWがチャンバ2から搬出される(ステップ12b)。

#### [0069]

本実施の形態では、チャンバ2とドライポンプ48との間に酸化アルミニウム46eを収容した捕捉器46を設置しているので、排出配管42の詰まりを低減させることができる。即ち、排出配管内壁面に付着する白い粉末は、チャンバ内から排出された $SiH_2Cl_2$ と $NH_3$ とが反応して、発生するものである。具体的には、白い粉末は、 $NH_4Cl$ である。また、白い粉末が大気圧に維持されている排出配管内壁に多量に付着するのは、 $SiH_2Cl_2$ の排出配管内壁面への多量の吸着量によるものと考えられる。具体的には、上述したように大気圧下

では、減圧下に比べて $SiH_2Cl_2$ が排出配管内壁に吸着され易いとともに吸着された $SiH_2Cl_2$ が離脱し難い。従って、排出配管内壁に対する $SiH_2Cl_2$ の吸着量が増える。そこに、 $NH_3$ が流れ込んでくると、次々と $SiH_2Cl_2$ と $NH_3$ とが反応してしまう。このことより、大気圧に維持されている排出配管内壁に白い粉末が多量に付着するものと考えられる。ここで、従来の成膜装置に備えられたトラップでも $NH_4Cl$ が捕捉されているが、このトラップで捕捉できる $NH_4Cl$ は、主にチャンバ内で発生した $NH_4Cl$ であり、大気圧下で発生する $NH_4Cl$ は捕捉できない。そのため、白い粉末の発生を有効に抑制することができないものであったと考えられる。これに対し、本実施の形態では、 $NH_4Cl$ の発生源である $SiH_2Cl_2$ を予め減圧下で捕捉するので、排出配管 42内壁に付着する白い粉末を大幅に低減させることができ、排出配管 42の詰まりを低減させることができる。その結果、メンテナンスを行う頻度を低下させることができる。

# [0070]

本実施の形態では、酸化アルミニウム  $4.6\,\mathrm{e}$  は、 $\mathrm{Si}\,\mathrm{H}_2\,\mathrm{Cl}_2\,\mathrm{e}$  化学吸着により捕捉する。ここで、化学吸着は化学反応により吸着させるものであるので、ガスであっても確実に吸着させることができる。従って、物理吸着で $\mathrm{Si}\,\mathrm{H}_2\,\mathrm{Cl}_2\,\mathrm{e}$  捕捉するよりも多量の $\mathrm{Si}\,\mathrm{H}_2\,\mathrm{Cl}_2\,\mathrm{e}$  捕捉することができる。

## [0071]

本実施の形態では、酸化アルミニウム 4 6 e が微粒子状で収容されているので、表面積が大きい。従って、より多量の S i H 2 C l 2 を捕捉することができる

# [0072]

 $TiCl_4$ と $SiH_2Cl_2$ と $NH_3$ とが交互に供給される場合であっても、確実に白い粉末の発生を抑制することができる。即ち、 $TiCl_4$ と $SiH_2Cl_2$ と $NH_3$ とが交互に供給される場合と、 $TiCl_4$ と $SiH_2Cl_2$ と $NH_3$ とが同時に供給される場合を比べると、 $TiCl_4$ と $SiH_2Cl_2$ と $NH_3$ とが同時に供給される場合の方が多い。このことから、交互に供給される場合の方が、同時に供給される場合に比べて、白い粉末の発生量が多くなる。

本実施の形態では、 $SiH_2CI_2$ を確実に捕捉できるので、 $TiCI_4$ と $SiH_2CI_2$ と $NH_3$ とが交互に供給される場合であっても、確実に白い粉末の発生を抑制することができる。なお、捕捉器 46e には、合成ゼオライト 46d を収容されているので、第1の実施の形態と同様の効果が得られる。

# [0073]

# (第3の実施の形態)

以下、本発明の第3の実施の形態について説明する。本実施の形態では、ドライポンプより下流の排出配管内に $N_2$ を供給する $N_2$ 供給系を備えた例について説明する。

# [0074]

図10は本実施の形態に係る成膜装置の模式的な構成図である。図10に示されるように、ドライポンプ48より下流の排出配管42には、排出配管42内に $N_2$ を供給する $N_2$ 供給系70が接続されている。 $N_2$ 供給系70は、 $N_2$ を収容した $N_2$ 供給源71を備えている。 $N_2$ 供給源71には、一端がドライポンプ48より下流の排出配管42に接続された $N_2$ 供給配管72が接続されている。 $N_2$ 供給配管72には、バルブ73及び $N_2$ の流量を調節するマスフローコントローラ74が介在している。マスフローコントローラ74が調節された状態で、バルブ73が開かれることにより、 $N_2$ 供給源71から所定の流量で $N_2$ が排出配管42内に供給される。

#### [0075]

以下、成膜装置1で行われる処理のフローについて図11及び図12に沿って 説明する。図11は本実施の形態に係る成膜装置1で行われる処理のフローを示 したフローチャートであり、図12は本実施の形態に係る成膜装置1で行われる 処理を模式的に示した図である。

### [0076]

ドライポンプ48が作動して、チャンバ2内の粗引きが行われる。その後、ドライポンプ48の粗引きからターボ分子ポンプ44の精密引きに切り換えられる (ステップ1c)。

## [0077]

チャンバ2内の圧力が例えば1.  $33 \times 10^{-2}$  Pa以下まで低下した後、ウェハWを保持した図示しない搬送アームが伸長して、チャンバ2内にウェハWが搬入される(ステップ2 c)。その後、ウェハ昇降ピン6が下降し、ウェハWがサセプタ4に載置される(ステップ3 c)。

# [0078]

ウェハWが昇温した後、チャンバ2内の圧力が約50~400Paに維持された状態で、バルブ23が開かれて、 $TiCl_4$ 吐出部10aから $TiCl_4$ が吐出される。また、このとき、図12に示されるように $N_2$ が約 $1\sim50$ L/minの流量で排出配管 42内に供給される(ステップ4c)。所定時間経過後、バルブ23が閉じられて、 $TiCl_4$ の供給が停止されるとともに、チャンバ2内に残留している $TiCl_4$ がチャンバ2内から排出される(ステップ5c)。

## [0079]

所定時間経過後、バルブ33が開かれて、NH3吐出部10bからNH3が吐出される(ステップ6c)。所定時間経過後、バルブ33が閉じられて、NH3の供給が停止されるとともに、チャンバ2内に残留しているNH3等がチャンバ2内から排出される(ステップ7c)。

#### [0800]

所定時間経過後、処理が200 サイクル行われたか否かが判断される(ステップ 8c)。処理が200 サイクル行われていないと判断されると、ステップ 4c ~ステップ 7c の工程が再び行われる。

### [0081]

処理が200サイクル行われたと判断されると、バルブ73が閉じられて、排出配管42へのN2の供給が停止される(ステップ9c)。その後、ウェハ昇降ピン6が上昇し、ウェハWがサセプタ4から離れる(ステップ10c)。最後に、図示しない搬送アームによりウェハWがチャンバ2から搬出される(ステップ11c)。

# [0082]

本実施の形態では、ドライポンプ48より下流の排出配管42内に $N_2$ を供給する $N_2$ 供給系が配設されているので、排出配管42の詰まりを低減させること

ができる。即ち、ドライポンプ48より下流の排出配管42内は、大気圧に維持されている。従って、ドライポンプ48より下流の排出配管42内に $N_2$ を供給すると、 $TiCl_4$ の圧力が低下し、液体の $TiCl_4$ が低減する。また、 $N_2$ の供給により、 $TiCl_4$ が押し出されるので、 $TiCl_4$ が排出配管42内壁に吸着された $TiCl_4$ が離脱し易くなる。よって、排出配管42内壁に付着する黄色い粉末を大幅に低減させることができ、排出配管42の詰まりを低減させることができる。その結果、メンテナンスを行う頻度を低下させることができる。

### [0083]

### (第4の実施の形態)

以下、本発明の第4の実施の形態について説明する。本実施の形態では、ドライポンプより下流の排出配管を加熱するテープヒータを備えた例について説明する。

#### [0084]

図13は本実施の形態に係る成膜装置の模式的な構成図である。図13に示されるように、ドライポンプ48より下流の排出配管42外壁には、排出配管42を加熱するテープヒータ80が巻回されている。テープヒータ80には、テープヒータ80に流す電流を調節することによりテープヒータ80の加熱温度を制御するテープヒータ制御器81が電気的に接続されている。

## [0085]

以下、成膜装置1で行われる処理のフローについて図14及び図15に沿って 説明する。図14は本実施の形態に係る成膜装置1で行われる処理のフローを示 したフローチャートであり、図15は本実施の形態に係る成膜装置1で行われる 処理を模式的に示した図である。

#### [0086]

ドライポンプ48が作動して、チャンバ2内の粗引きが行われる。その後、ドライポンプ48の粗引きからターボ分子ポンプ44の精密引きに切り換えられる (ステップ1d)。

## [0087]

チャンバ2内の圧力が例えば1.33×10 $^{-2}$  Pa以下まで低下した後、ウェハWを保持した図示しない搬送アームが伸長して、チャンバ2内にウェハWが搬入される(ステップ2d)。その後、ウェハ昇降ピン6が下降し、ウェハWがサセプタ4に載置される。また、テープヒータ80により排出配管42が約60~100 $^{\circ}$ に加熱される(ステップ3d)。

# [0088]

ウェハWが昇温し、かつ排出配管 42 の温度が  $60 \sim 100$  ℃に安定した後、チャンバ2内の圧力が約  $50 \sim 400$  Paに維持された状態で、バルブ 23 が開かれて、図 15 に示されるように Ti Cl 4 吐出部 10 aから Ti Cl 4 が吐出される。(ステップ 4 d)。所定時間経過後、バルブ 23 が閉じられて、 Ti Cl 4 の供給が停止されるとともに、チャンバ 2 内に残留している Ti Cl 4 がチャンバ 2 内から排出される(ステップ 5 d)。

## [0089]

所定時間経過後、バルブ33が開かれて、NH3吐出部10bからNH3が吐出される(ステップ6d)。所定時間経過後、バルブ33が閉じられて、NH3の供給が停止されるとともに、チャンバ2内に残留しているNH3等がチャンバ2内から排出される(ステップ7d)。

## [0090]

所定時間経過後、処理が200サイクル行われたか否かが判断される(ステップ8d)。処理が200サイクル行われていないと判断されると、ステップ4d~ステップ7dの工程が再び行われる。

# [0091]

処理が200サイクル行われたと判断されると、テープヒータ80による排出 配管42の加熱が停止される(ステップ9d)。その後、ウェハ昇降ピン6が上 昇し、ウェハWがサセプタ4から離れる(ステップ10d)。最後に、図示しな い搬送アームによりウェハWがチャンバ2から搬出される(ステップ11d)。

#### [0092]

本実施の形態では、ドライポンプ48より下流の排出配管42を加熱するテープヒータ80が配設されているので、排出配管42の詰まりを低減させることが

できる。即ち、ドライポンプ48より下流の排出配管42を加熱すると、TiCl4が液化し難くなるとともに液体のTiCl4が再びガスになり易くなる。従って、液体のTiCl4が低減する。また、ドライポンプ48より下流の排出配管42を加熱すると、排出配管42内壁に吸着されているTiCl4は、排出配管42内壁から離脱し易くなる。従って、排出配管42内壁に対するTiCl4の吸着量が減少する。よって、排出配管42内壁に付着する黄色い粉末を大幅に低減させることができ、排出配管42の詰まりを低減させることができる。その結果、メンテナンスを行う頻度を低下させることができる。

### [0093]

(第5の実施の形態)

以下、本発明の第5の実施の形態について説明する。本実施の形態では、NH3をTiCl4流量の約10倍以上の流量で供給する例について説明する。

#### [0094]

図16は本実施の形態に係る成膜装置1で行われる処理のフローを示したフローチャートである。なお、本実施の形態の成膜装置は、第1の実施の形態の成膜装置と同様のものであるが、捕捉器46は設置されていない。

#### [0095]

ドライポンプ48が作動して、チャンバ2内の粗引きが行われる。その後、ドライポンプ48の粗引きからターボ分子ポンプ44の精密引きに切り換えられる (ステップ1e)。

#### [0096]

チャンバ2内の圧力が例えば1.  $33 \times 10^{-2}$  Pa以下まで低下した後、ウェハWを保持した図示しない搬送アームが伸長して、チャンバ2内にウェハWが搬入される(ステップ2 e)。その後、ウェハ昇降ピン6が下降し、ウェハWがサセプタ4に載置される(ステップ3 e)。

### [0097]

ウェハWが昇温した後、チャンバ2内の圧力が約50~400Paに維持された状態で、バルブ23が開かれて、 $TiCl_4$ 吐出部10aから $TiCl_4$ が約30sccmの流量で吐出される(ステップ4e)。所定時間経過後、バルブ2

3が閉じられて、TiCl4の供給が停止されるとともに、チャンバ2内に残留 しているTiCl4がチャンバ2内から排出される(ステップ5e)。

# [0098]

所定時間経過後、バルブ33が開かれて、NH $_3$ 吐出部10bからNH $_3$ が約300~1000sccmの流量で吐出される(ステップ6e)。所定時間経過後、バルブ33が閉じられて、NH $_3$ の供給が停止されるとともに、チャンバ2内に残留しているNH $_3$ 等がチャンバ2内から排出される(ステップ7e)。

# [0099]

所定時間経過後、処理が200サイクル行われたか否かが判断される(ステップ8e)。処理が200サイクル行われていないと判断されると、ステップ4e~ステップ7eの工程が再び行われる。

#### $[0\ 1\ 0\ 0\ ]$

処理が200サイクル行われたと判断されると、ウェハ昇降ピン6が上昇し、 ウェハWがサセプタ4から離れる(ステップ9e)。最後に、図示しない搬送ア ームによりウェハWがチャンバ2から搬出される(ステップ10e)。

#### [0101]

本実施の形態では、NH3をTiCl4流量の約10倍以上の流量で供給するので、排出配管42の詰まりを低減させることができる。その結果、メンテナンスを行う頻度を低下させることができる。

# [0102]

#### (実施例)

以下、実施例について説明する。本実施例では、第5の実施の形態に係る成膜 装置を使用して、排出配管の詰まり具合を観察した。

## [0103]

測定条件について説明する。本実施例では、第5の形態に係る成膜装置を使用してウェハ上にTiN膜に形成した。なお、ウェハ1枚に対して約10nmoTiN膜を形成した。また、 $TiCl_4$ を約30sccmo流量で供給し、 $NH_3$ を約800sccmo流量で供給した。さらに、本実施例と比較するために $TiCl_4$ を約30sccmo流量で供給し、 $NH_3$ を約100sccmo流量で供

給した場合についても、排出配管42の詰まり具合を観察した。

# [0104]

測定結果について述べる。 $TiCl_4$ を約30sccmの流量で供給し、 $NH_3$ を約100sccmの流量で供給した場合には、30枚のウェハにTiN膜を形成したところで、排出配管が詰まってしまい、メンテナンスを行わなければならない状況であった。これに対し、 $TiCl_4$ を約30sccmの流量で供給し、 $NH_3$ を約800sccmの流量で供給した場合には、100枚のウェハにTiN膜を形成した場合でも、排出配管は詰まらず、メンテナンスを行わなくてもよい状況であった。この結果から、 $NH_3$ を $TiCl_4$ 流量の約10倍以上の流量で供給すると、排出配管の詰まりが低減し、メンテナンスの行う頻度が低下することが確認された。

# [0105]

# (第6の実施の形態)

以下、本発明の第6の実施の形態について説明する。本実施の形態では、ウェハが成膜装置に搬入されていない状態で、定期的にNH3を排出配管内に供給する例について説明する。

#### [0106]

図17は本実施の形態に係る成膜装置で行われる全体の処理のフローを示したフローチャートであり、図18は本実施の形態に係る成膜装置で行われるウェハ1枚についての処理のフローを示したフローチャートであり、図19は本実施の形態に係る成膜装置で行われる処理を模式的に示した図である。なお、本実施の形態の成膜装置は、第1の実施の形態の成膜装置と同様のものであるが、捕捉器46は設置されていない。

#### [0107]

まず、1枚目のウェハWにTi N膜を形成する(ステップ1F)。具体的には、まず、ターボ分子ポンプ44により精密引きが行われる(ステップ1f)。チャンバ2内の圧力が例えば1.  $33 \times 10^{-2}$  Pa以下まで低下した後、1枚目のウェハWがチャンバ2内に搬入され、その後、サセプタ4に載置される(ステップ2f、ステップ3f)。ウェハWが昇温した後、Ti C14 吐出部10 aか

らTiСl $_4$ が約 $_3$ 0 s c c mの流量で吐出される(ステップ $_4$  f)。その後、TiСl $_4$ の供給が停止されるとともに、チャンバ2内に残留しているTiСl $_4$ がチャンバ2内から排出される(ステップ $_5$  f)。所定時間経過後、NH $_3$ が約 $_1$ 00 s c c mの流量で吐出される(ステップ $_6$  f)。その後、NH $_3$ の供給が停止されるとともに、チャンバ2内に残留しているNH $_3$ 等がチャンバ2内から排出される(ステップ $_7$  f)。所定時間経過後、処理が $_2$  00 サイクル行われていないと判断される(ステップ $_8$  f)。処理が $_2$  00 サイクル行われていないと判断されると、ステップ $_4$  f  $_4$  ステップ $_7$  f の工程が再び行われる。処理が $_2$  00 サイクル行われたと判断されると、ウェハWがサセプ $_4$  から離れ、その後、図示しない搬送アームにより $_1$  枚目のウェハWチャンバ $_2$  から搬出される(ステップ $_2$  f、ステップ $_1$  0 f)。

## [0108]

その後、2枚目、3枚目、……、25枚目のウェハWについても、ステップ1  $f \sim$  ステップ10 f の工程がそれぞれ行われる(ステップ2 $F \sim$  ステップ25F)。

## [0109]

25枚目のウェハWがチャンバ2から搬出された後に、ターボ分子ポンプ44及びドライポンプ48が作動している状態で、バルブ33が開かれて、図19に示されるようにNH3吐出部10bからNH3が約300~1000sccmの流量で吐出される(ステップ26F)。吐出されたNH3は、チャンバ2を介してドライポンプ48の下流の排出配管42内に供給される。ウェハWが成膜装置1に搬入されていない状態でのNH3の供給は、定期的に行われる。具体的には、例えば1ロッド(ウェハ25枚)毎に行われる。所定時間経過後、バルブ33が閉じられて、NH3の供給が停止される(ステップ27F)。

# [0110]

本実施の形態では、ウェハWが成膜装置1に搬入されていない状態で、NH3 を排出配管42内に供給するので、排出配管42の詰まりを低減させることができる。従って、排出配管42を開けて黄色い粉末を取り除く頻度を低下させることができる。

# [0111]

# 【表1】

膜種	第1処理ガス	第2処理ガス	第3処理ガス	膜種	第1処理ガス	第2処理ガス	第3処理ガス
TiN	TiCl <sub>4</sub>	NH <sub>3</sub>		TaN	TaF <sub>5</sub>	NH <sub>3</sub>	
	TiF <sub>4</sub>	NH <sub>3</sub>			TaCl <sub>5</sub>	NH₃	
	TiBr <sub>4</sub>	NH₃			TaBr₅	NH	
	Til.	NH <sub>3</sub>			Tals	NH <sub>2</sub>	
	TEMAT	NH <sub>3</sub>			TBTDET	NH <sub>3</sub>	
	TDMAT	NH <sub>3</sub>		TaSiN	TaF <sub>6</sub>	NH <sub>2</sub>	SiH
	TDEAT	NH <sub>3</sub>			TaCl₅	NH₃	SiH <sub>4</sub>
TisiN	TiCl <sub>4</sub>	NH <sub>3</sub>	SiH <sub>4</sub>		TaBr <sub>5</sub>	NH <sub>3</sub>	SiH <sub>4</sub>
	TiF <sub>4</sub>	NH <sub>3</sub>	SiH4		Tal <sub>5</sub>	NH <sub>3</sub>	SiH,
	TiBr <sub>4</sub>	NH <sub>3</sub>	SiH <sub>4</sub>		TBTDET	NH <sub>3</sub>	SiH <sub>4</sub>
	Til <sub>4</sub>	NH <sub>3</sub>	SiH <sub>4</sub>		TaF <sub>5</sub>	NH <sub>3</sub>	Si <sub>2</sub> H <sub>6</sub>
	TEMAT	NH <sub>3</sub>	SiH <sub>4</sub>		TaCl <sub>5</sub>	NH <sub>3</sub>	Si <sub>2</sub> H <sub>6</sub>
	TDMAT	NH₃	SiH <sub>4</sub>		TaBr <sub>5</sub>	NH <sub>3</sub>	Si₂H <sub>5</sub>
	TDEAT	NH₃	SiH <sub>4</sub>		Tal <sub>5</sub>	NH <sub>3</sub>	Si <sub>2</sub> H <sub>6</sub>
	TiCl <sub>4</sub>	NH <sub>3</sub>	Si <sub>2</sub> H <sub>6</sub>		TBTDET	NH <sub>3</sub>	Si₂H <sub>8</sub>
	TiF,	NH <sub>3</sub>	Si <sub>2</sub> H <sub>6</sub>		TaFs	NH <sub>3</sub>	SiH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub>
	TiBr <sub>4</sub>	NH <sub>3</sub>	Si₂H <sub>6</sub>		TaCl <sub>5</sub>	NH <sub>3</sub>	SiH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub>
	Til <sub>4</sub>	NH <sub>3</sub>	Si <sub>2</sub> H <sub>6</sub>		TaBr <sub>5</sub>	NH <sub>3</sub>	SiH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub>
	TEMAT	NH <sub>3</sub>	Si₂H <sub>6</sub>		Tal <sub>5</sub>	NH <sub>3</sub>	SiH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub>
	TDMAT	NH <sub>3</sub>	Si₂H₀		TBTDET	NH <sub>3</sub>	SiH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub>
	TDEAT	NH₃	Si <sub>z</sub> H <sub>6</sub>		TaF <sub>5</sub>	NH <sub>3</sub>	SiCl <sub>4</sub>
	TiCl	NH <sub>3</sub>	SiH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub>		TaCl <sub>5</sub>	NH <sub>3</sub>	SiCl <sub>4</sub>
	TiF.	NH <sub>3</sub>	SiH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub>		TaBr <sub>5</sub>	NH <sub>3</sub>	SiCl <sub>4</sub>
	TiBr <sub>4</sub>	NH <sub>3</sub>	SiH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub>		Tal <sub>5</sub>	NH <sub>3</sub>	SiCl <sub>4</sub>
	Til.	NH <sub>3</sub>	SiH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub>		TBTDET	NH <sub>3</sub>	SiCl <sub>4</sub>
	TEMAT	NH <sub>3</sub>	SiH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	H₂O	
	TDMAT	NH <sub>3</sub>	SiH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub>		Al(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub>	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	
	TDEAT	NH <sub>3</sub>	SiH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub>	ZrO <sub>2</sub>	ZKO-KC4H2))4	Н₂0	
	TiCl <sub>4</sub>	NH <sub>3</sub>	SiCl		Zr(O-t(C4H2))4	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	
	TiF <sub>4</sub>	NH <sub>3</sub>	SiCl <sub>4</sub>		ZrCl4	H₂O	
	TiBr <sub>4</sub>	NH <sub>3</sub>	SiCl <sub>4</sub>		ZrCl	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	
	Til <sub>4</sub>	NH <sub>3</sub>	SiCl <sub>4</sub>	Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Ta(OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>5</sub>	O <sub>2</sub>	
	TEMAT	NH <sub>3</sub>	SiCl		Ta(OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>5</sub>	H <sub>2</sub> O	
	TDMAT	NH <sub>3</sub>	SiCl <sub>4</sub>		Ta(OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>5</sub>	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	
	TDEAT	NH <sub>3</sub>	SiCl				

# [0112]

上記第1、第3~第6の実施の形態では、 $TiCl_4$ と $NH_3$ を $TiCl_4$ 、 $NH_3$ の順序で供給しており、第2の実施の形態では、 $TiCl_4$ 、 $SiH_2Cl_2$ 、 $NH_3$ の順序で供給しているが、

このような順序で供給しなくてもよい。また、上記表1に示されている処理ガス についても同様である。

#### [0113]

第3の実施の形態では、捕捉器 46 が設置されているが、捕捉器 46 を設置しなくともよい。また、第4 の実施の形態のようにテープヒータ 80 を巻回してもよい。また、排出配管 42 内に  $N_2$  を供給しているが、その他の不活性ガスを供給してもよい。さらに、 $TiCl_4$  の供給時に排出配管 42 内に  $N_2$  を供給しているが、 $TiCl_4$  の供給前から排出配管 42 内に  $N_2$  を供給することも可能である。

#### [0114]

第4の実施の形態では、排出配管  $42 \times 60 \times -100 \times$ に加熱しているが、加熱温度は金属含有ガスが気化する温度であれば、特に限定されない。例えば、金属含有ガスが、 $TaF_5$ 、或いは $TaCl_5$ である場合には、排出配管  $42 \times 80 - 200 \times$ に加熱する。金属含有ガスが、 $Al(CH_3)_3$ 、 $Zr(O-t(C_4H_9))_4$ 、或いは $Ta(OC_2H_5)_5$ である場合には、排出配管  $42 \times 80 - 150 \times$ に加熱する。また、ウェハWの搬入後に排出配管  $42 \times 80 - 150 \times$ に加熱する。また、ウェハWの搬送中から排出配管  $42 \times 80 \times 150 \times$  加熱することも可能である。

#### [0115]

第4の実施の形態では、捕捉器 46が設置されているが、捕捉器 46を設置しなくともよい。また、排出配管 42にテープヒータ 80を巻回しているが、加熱することができるものであれば、その他のものも使用可能である。

## [0116]

第5~第6の実施の形態では、捕捉器46、N2供給系70、及びテープヒータ80が配設されていないが、これらのうち少なくとも1つを配設することも可能である。これらの場合には、より多量のTiCl4を捕捉することができる。

## [0117]

第1~第6の実施の形態では、ウェハWを使用しているが、ガラス基板であってもよい。また、TiCl<sub>4</sub>とNH<sub>3</sub>を交互に供給して、或いはTiCl<sub>4</sub>とS

iH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>とNH<sub>3</sub>を交互に供給して成膜を行う成膜装置1について説明しているが、これらのガスを同時に供給して成膜を行う成膜装置に適用することも可能である。

# [0118]

第1~第6の実施の形態では、チャンバ2内から排気して $TiCl_4$ 等を排出しているが、排気の際に $N_2$ のようなパージガスをチャンバ2内に供給することも可能である。また、パージガスの供給と真空引きとを繰り返すことも可能である。さらに、成膜装置に限らず、エッチング装置にも適用することが可能である。この場合、少なくとも2種のエッチングガスを、交互に供給しても、或いは同時に供給してもよい。

## [0119]

# 【発明の効果】

以上詳細に説明したように、本発明の基板処理装置、基板処理方法、及び基板処理装置のクリーニング方法によれば、排出系の詰まりを低減させることができる。

# 【図面の簡単な説明】

- 【図1】 図1は第1の実施の形態に係る成膜装置の模式的な構成図である。
- 【図2】 図2は第1の実施の形態に係る捕捉器の模式的な垂直断面図である
- 【図3】 図3は第1の実施の形態に係る成膜装置で行われる処理のフローを示したフローチャートであり、
- 【図4】 図4 (a) 及び図4 (b) は第1の実施の形態に係る成膜装置で行われる処理を模式的に示した図である。
- 【図5】 図5 (a) 及び図5 (b) は第1の実施の形態に係る成膜装置で行われる処理を模式的に示した図である。
  - 【図6】 図6は第2の実施の形態に係る成膜装置の模式的な構成図である。
  - 【図7】 図7は第2の実施の形態に係る捕捉器の模式的な垂直断面図である
  - 【図8】 図8は第2の実施の形態に係る成膜装置で行われる処理のフローを

示したフローチャートである。

- 【図9】 図9(a)及び図8(b)は第2の実施の形態に係る成膜装置で行われる処理を模式的に示した図である。
- 【図10】 図10は第3の実施の形態に係る成膜装置の模式的な構成図である。
- 【図11】 図11は第3の実施の形態に係る成膜装置で行われる処理のフローを示したフローチャートである。
- 【図12】 図12は第3の実施の形態に係る成膜装置で行われる処理を模式的に示した図である。
- 【図13】 図13は第4の実施の形態に係る成膜装置の模式的な構成図である。
- 【図14】 図14は第4の本実施の形態に係る成膜装置で行われる処理のフローを示したフローチャートであり、
- 【図15】 図15は第4の実施の形態に係る成膜装置で行われる処理を模式的に示した図である。
- 【図16】 図16は第5の実施の形態に係る成膜装置で行われる処理のフローを示したフローチャートである。
- 【図17】 図17は第6の実施の形態に係る成膜装置で行われる全体の処理のフローを示したフローチャートであり、
- 【図18】 図18は第6の実施の形態に係る成膜装置で行われるウェハ1枚 についての処理のフローを示したフローチャートである。
- 【図19】 図19は第6の実施の形態に係る成膜装置で行われる処理を模式的に示した図である。

## 【符号の説明】

W…ウェハ

1…成膜装置

2…チャンバ

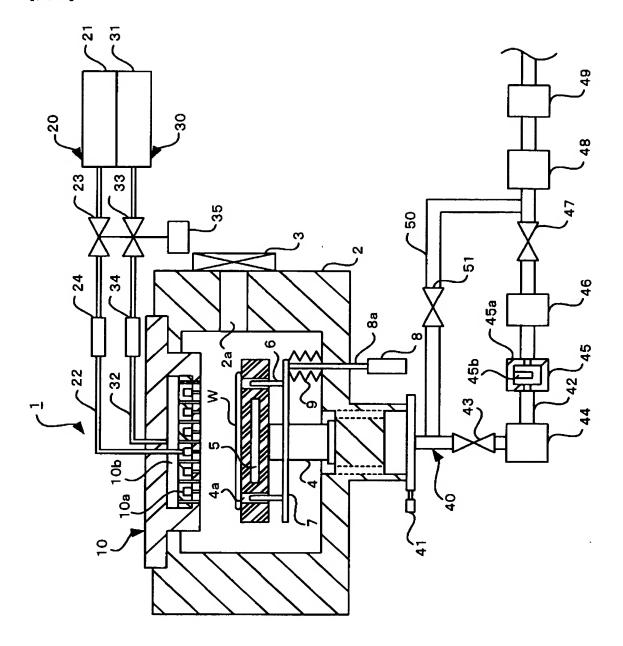
20…TiCl4供給系

30…NH3供給系

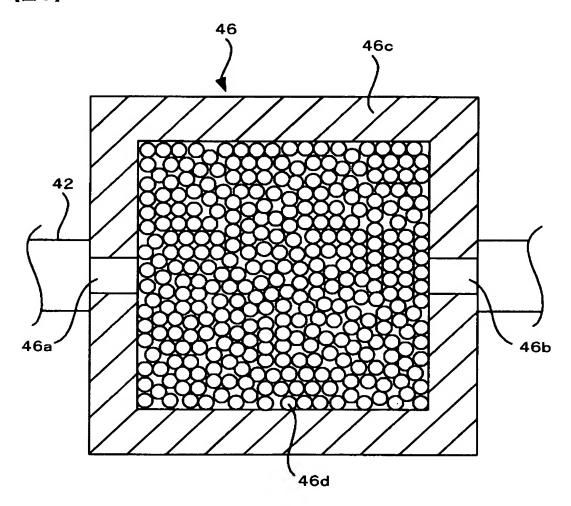
- 4 0…排出系
- 4 2…排出配管
- 46、49…捕捉器
- 46 d…合成ゼオライト
- 46e…酸化アルミニウム
- 48…ドライポンプ
- 60…SiH2Cl2供給系
- 70…N2供給系
- 80…テープヒータ

#### 【書類名】 図面

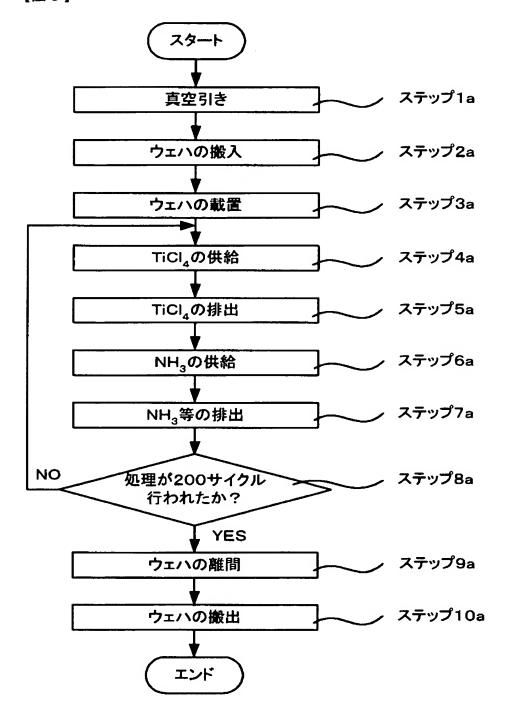
# 【図1】



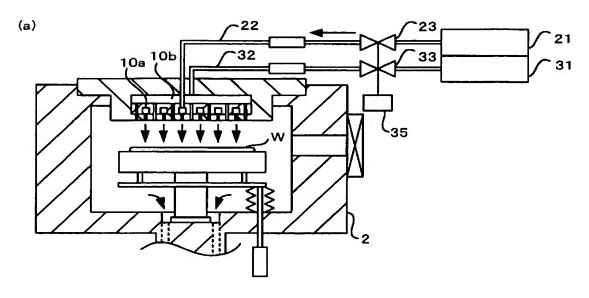
【図2】

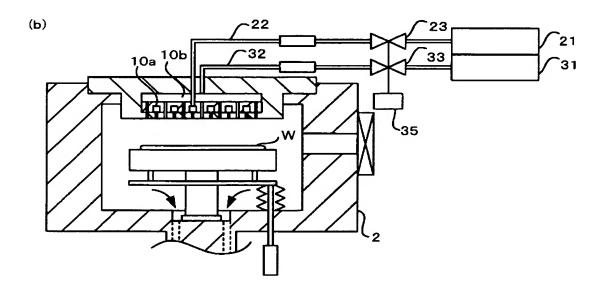


【図3】

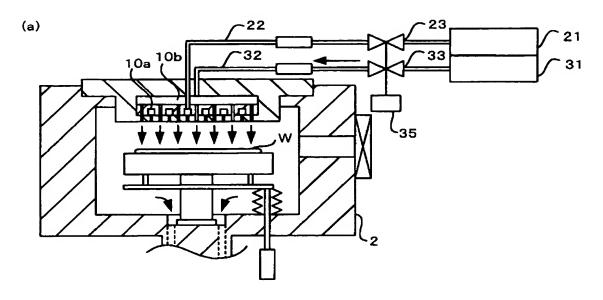


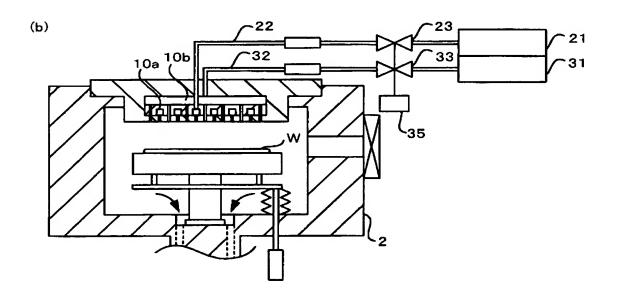
## 【図4】



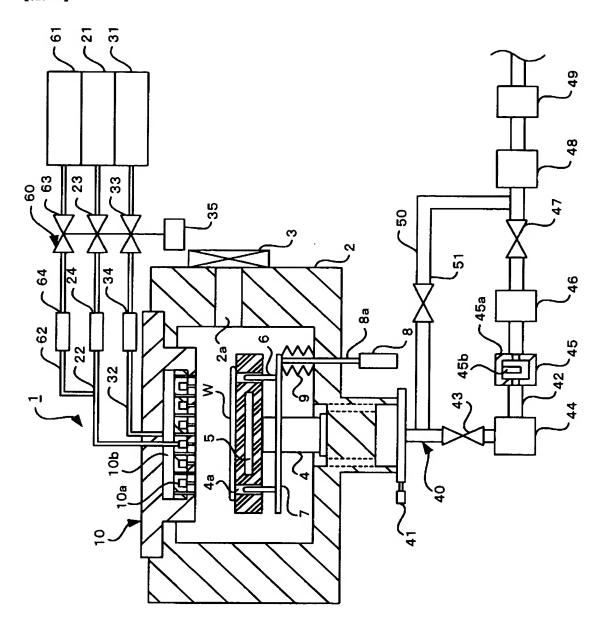


## 【図5】

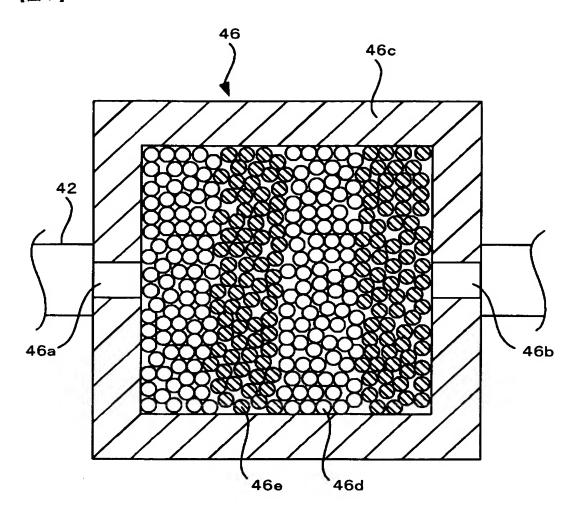




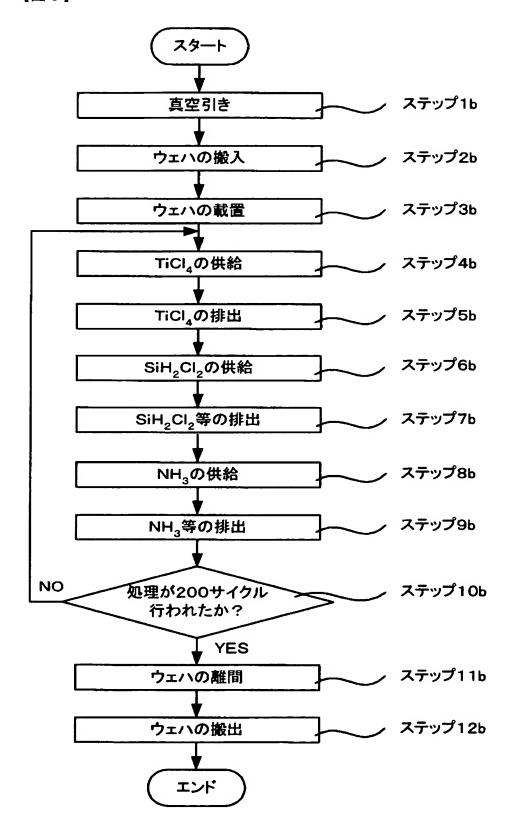
【図6】



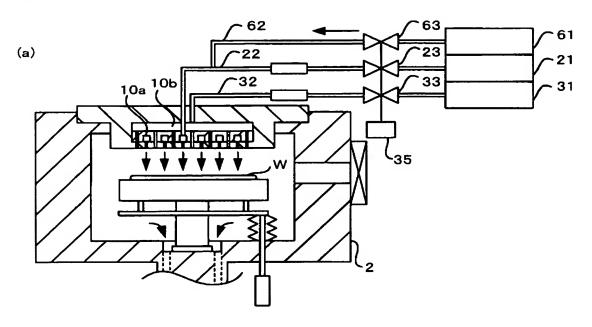
【図7】

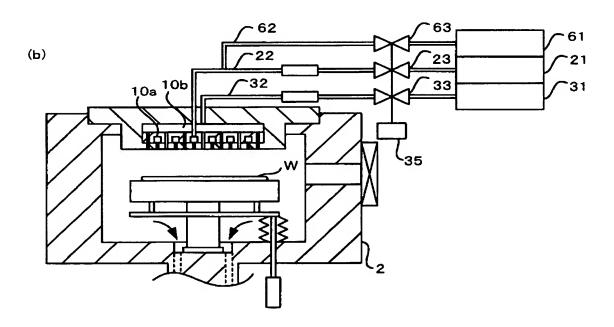


【図8】

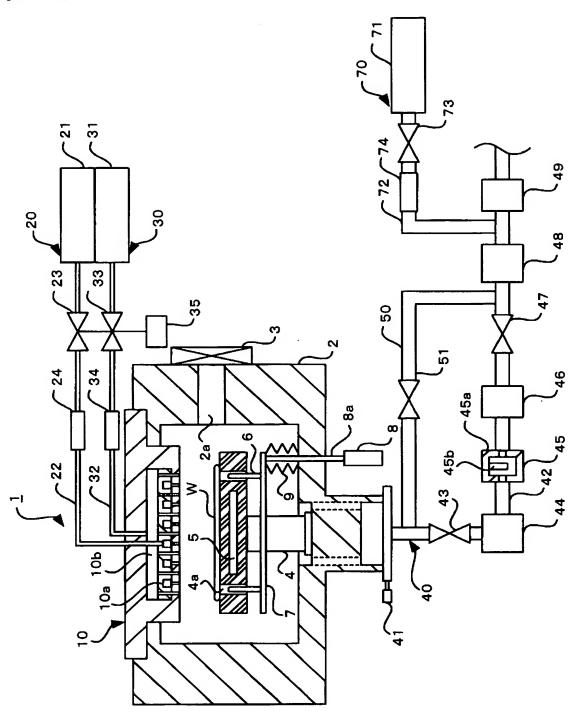


## 【図9】

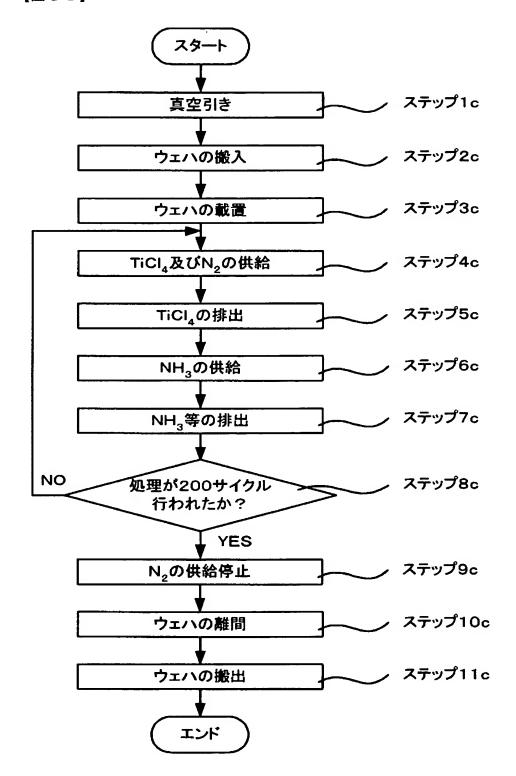




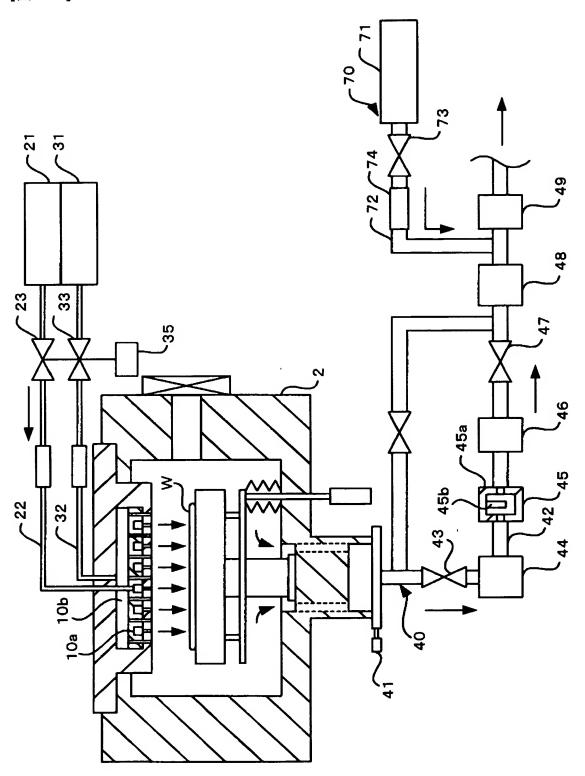
【図10】



【図11】



【図12】



【図13】

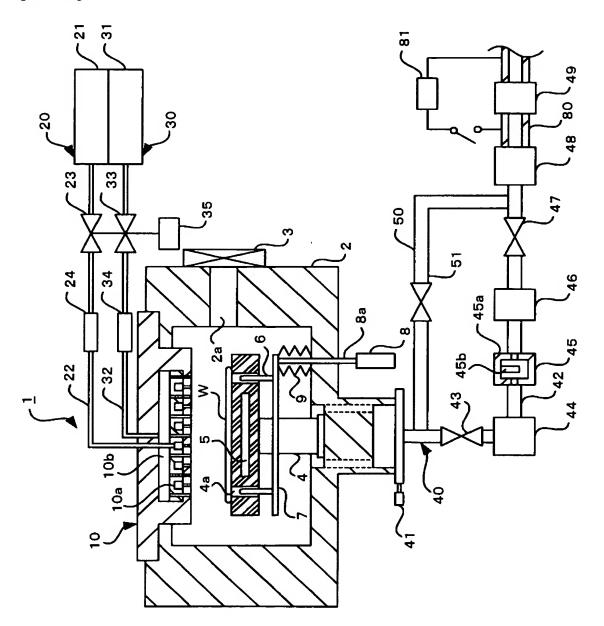
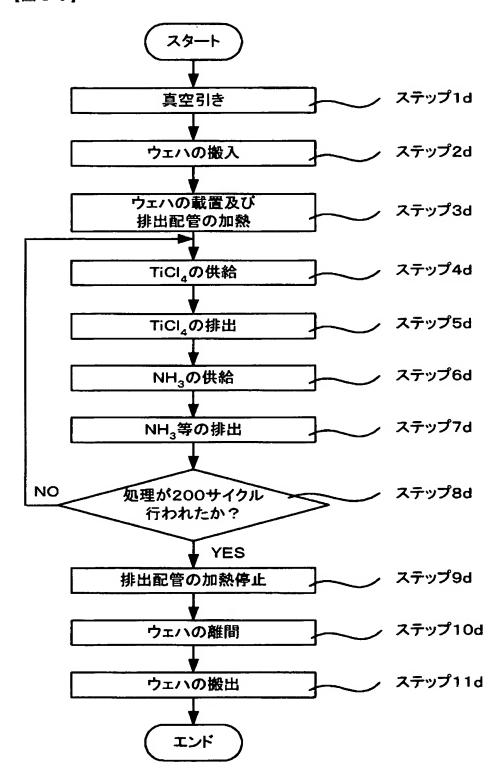
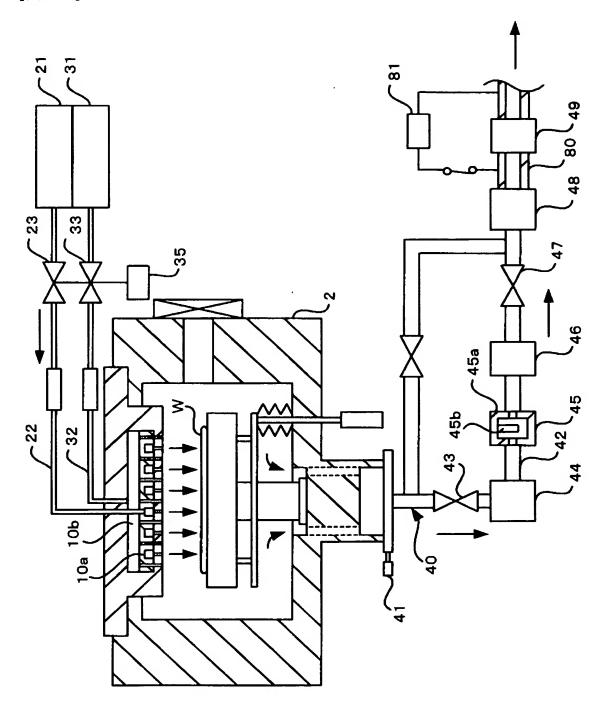


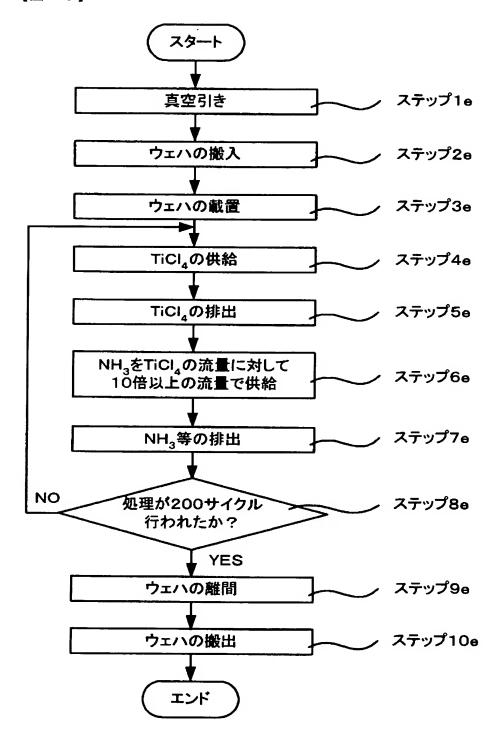
図14]



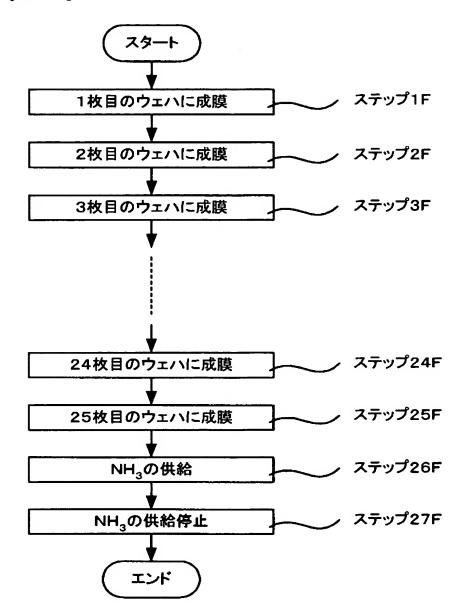
【図15】



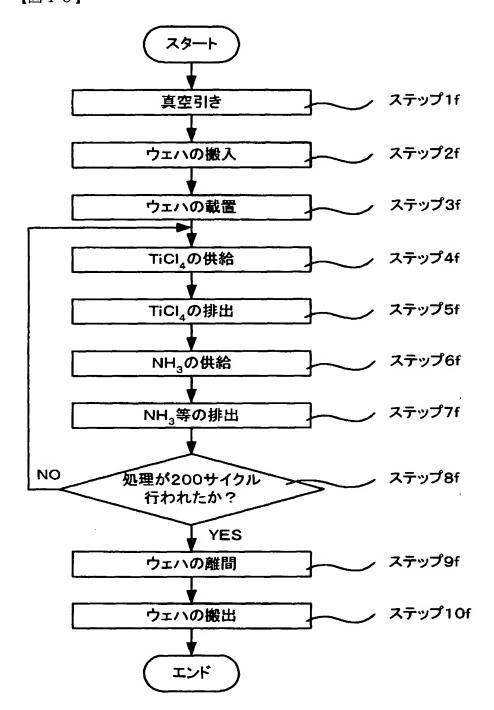
【図16】



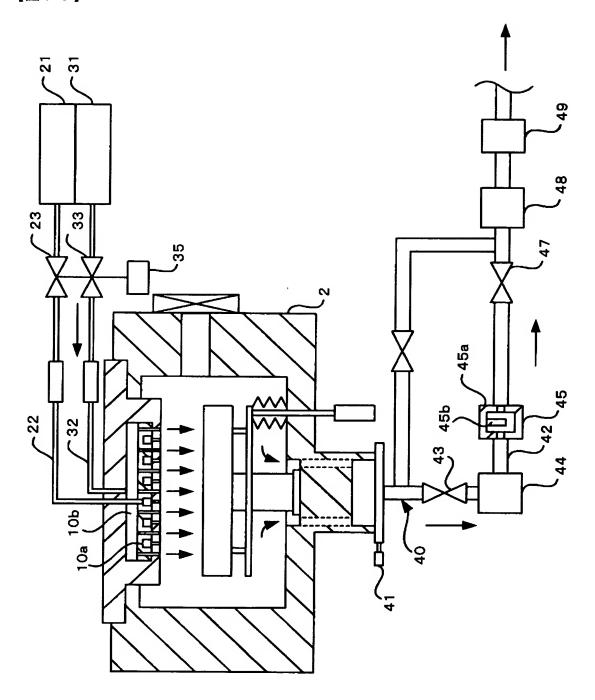
【図17】



【図18】



【図19】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 排出系の詰まりを低減させることができる基板処理装置、基板処理方法、及び基板処理装置のクリーニング方法を提供する。

【解決手段】 成膜装置 1 は、ウェハWが収容されるチャンバ2と、T i C 1 4 を供給するT i C 1 4 供給系 2 0 と、N H 3 を供給するN H 3 供給系 3 0 と、T i C 1 4 及びN 1 3 等のガスを排出する排出系 4 0 を備えている。排出系 4 0 は排出配管 4 2 、ターボ分子ポンプ 4 4 、及びドライポンプ 4 8 が備えている。ドライポンプ 4 8 より上流側の排出配管 4 2 には、微粒子の合成ゼオライト 4 6 が収容された捕捉器 4 6 が介在している。

【選択図】 図1

#### 特願2002-252273

## 出願人履歴情報

#### 識別番号

[000219967]

1. 変更年月日1994年 9月 5日[変更理由]住所変更住所東京都港区赤坂5丁目3番6号氏名東京エレクトロン株式会社

2. 変更年月日2003年 4月 2日[変更理由]住所変更住所東京都港区赤坂五丁目3番6号氏名東京エレクトロン株式会社